PTO: 2004-2840

Japanese Published Unexamined Patent Application (A) No. 60-081076, published May 9, 1985; Application Filing No. 58-186700, filed October 7, 1983; Inventor(s): Kazuo Takahashi et al.; Assignee: Hitachi Corporation; Japanese Title: Method to Improve Mechanical Strength of Ceramic Materials

# METHO TO IMPROVE MECHANICAL STRENGTH OF CEDRAMIC MATERIALS

# CLAIM(S)

- 1) A method to improve the mechanical strength of a ceramic material characterized in that the ceramic material is heated at a specific temperature for more than 30 minutes.
- 2) A method to improve the mechanical strength of a ceramic material, cited in Claim 1, wherein the ceramic material made of silicon carbide is heated at a temperature in the range of 1150°C 1500°C.
- 3) A method to improve the mechanical strength of a ceramic material, as cited in Claim 1, wherein the ceramic material made of silicon nitride is heated at a temperature in the range of 950°C 1400°C.

# DETAILED DESCRIPTION OF THE INVENTION

(Field of Industrial Application)

The present invention pertains to a method to improve the mechanical strength of a ceramic material having defects on the surface that are generated by post-processing by a machine.

(Prior Art)

When a ceramic material, such as silicon carbide or silicon nitride material, was put to post-process such as machining by the prior art method, the material surface was scratched or cracked. As a result, mechanical strength of the material was reduced, so its stress tolerance had to be set at a small value, which was a problem.

# (Objective)

To solve the aforementioned problems, the present invention attempts to present a method to improve the mechanical strength of a ceramic material, whereby the mechanical strength can be improved by eliminating the defects such as cracks and scratches from the surface of the ceramic material.

# (Summary)

The method of the present invention is characterized in that a ceramic material with surface defects is heated at a preset temperature for more than 30 minutes.

When a ceramic material is made of silicon carbide, the heating temperature is preferably 1150°C - 1500°C. When the temperature is lower than 1150°C, the mechanical strength cannot be sufficiently improved. But, when the temperature is higher than 1500°C, the mechanical strength is reduced, so the temperature in the range of 1150°C - 1500°C is preferred.

When a ceramic material is made of silicon nitride, the heating temperature is preferably 950°C -1400°C. If the heating temperature is lower than 950°C, the mechanical strength will not be improved, and if it is higher than 1400°C, the mechanical strength will be reduced. Therefore, the temperature range of 950°C - 1400°C is preferred.

# (Embodiments)

The present invention is explained below with reference to specific examples.

Testing samples of silicon carbide ceramic material (hereinafter referred to as an SiC ceramic material) and of silicon nitride ceramic material (hereinafter referred to as an  $Si_3N_4$  ceramic material), each having 150  $\mu$ m micro cracks, were examined for the relationship between the bending stress  $\sigma_{b4}$  (Mpa) and the heating temperature (°C). The result is shown Fig. 1. In the figure, curved line a indicates the SiC ceramic material, and curved line b the  $Si_3N_4$  ceramic material. As a reference, the value of  $Si_3N_4$  ceramic

material having no defect at all is shown by curved line c. As is evident from the figure, the bending stress of the Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ceramic material that did not go through the heating process (0°C heating) was reduced to ½ that of the material having no defect at all on the surface. However, by the heating process, the bending stress was improved. With the Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ceramic material, it demonstrated the maximum bending stress when heated to 1200°C. The probable reason for the improved bending strength is that the Si contained in the Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ceramic material reacts to oxygen (O<sub>2</sub>) in the air, generating oxides, and the oxides work to eliminate scratches and cracks generated in the ceramic material surface.

The SiC ceramic likewise demonstrated the maximum value of bending stress when heated to 1350°C. Fig. 2 shows a graph indicating the impact of the heating time length on the bending stress in an instance wherein the SiC ceramic material and Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ceramic material were heated to 1200°C while changing the heating time length (h) to different hours. Curved line a indicates the SiC ceramic material and curved line b the Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>. As is evident from the figure, each of them recovered to an 80% of the saturation value after heated for 30 minutes.

Fig. 3 shows the relationship among the 1200°C heating temperature of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ceramic material, fracture probability F (%) in surface roughness 25 S,

and bending stress  $\sigma_{b4}$  x 10 (Mpa). Curved line I indicates the example wherein no heating process was conducted, curved line II the example of heating for 30 minutes, and curved line III the example of heating for 60 minutes. As is evident from Fig. 1, by heating for 30 minutes, the bending stress is improved 35% as compared to the example of no heating at all.

Fig. 4 shows an appearance of a turbo charger to which the present invention is applied; 1 indicates a shaft (10 mm Ø) and 2 a vane made of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ceramic material. A machining process was applied to the aforementioned turbo charger and heated to 1200° for 60 minutes. When the turbo charger was cooled and its bending stress was measured, the bending stress was 45 Mpa. The turbo charger made by the same method without the heating process had only 23 MPa of bending stress, which is not sufficient. (Advantage of the Invention)

As explained above, by the present invention, heating a ceramic material at a specific temperature for a specific time length eliminates the scratches and cracks from the material surface, therefore, improves the mechanical strength of the ceramic material.

# BRIEF DESCRIPTION OF THE DRAWINGS

Fig. 1 illustrates the relationship between the bending stress and the heating temperature of SiC ceramic material and of Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> ceramic material.

Fig. 2 likewise illustrates the relationship between the bending stress and the heating time length. Fig. 3 likewise illustrates the relationship between the flexural probability and the bending stress. Fig. 4 shows an example to which the present invention is applied.

- 1. shaft
- 2. vane

T. Note: I could not pull this patent from the West, so I could not attach the figures. Please see the original Japanese patent for the figures.

Translations
U. S. Patent and Trademark Office 4/12/04
Akiko Smith

## First Hit

### End of Result Set

L2: Entry 1 of 1

File: DWPI

May 9, 1985

DERWENT-ACC-NO: 1985-149087

DERWENT-WEEK: 198525

COPYRIGHT 2004 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Improving mechanical strength of ceramic - by maintaining at high temp. for

specified period to remove surface flaws and cracks

PATENT-ASSIGNEE: HITACHI LTD (HITA)

PRIORITY-DATA: 1983JP-0186700 (October 7, 1983)

Search Selected Search ALL Clear

PATENT-FAMILY:

PUB-NO

PUB-DATE

LANGUAGE

PAGES

MAIN-IPĊ

JP 60081076 A

May 9, 1985

003

APPLICATION-DATA:

PUB-NO

APPL-DATE

APPL-NO

DESCRIPTOR

JP (60081076A)

October 7, 1983

1983JP-0186700

INT-CL (IPC): C04B 41/80

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 60081076A

BASIC-ABSTRACT:

The method is effected by keeping the ceramic at the fixed temp. for more than 30 mins. Pref. mechanical strength of silicon carbide is improved by keeping at 1150-1500 deg.C. Mechanical strength of silicon nitride is improved by keeping at 950-1400 deg.C.

USE/ADVANTAGE - Lowered mechanical strength of ceramic, which is caused by the machining flaws on the surface is restored and improved. Flaws and cracks on the surface of ceramic are removed by keeping the ceramic at the fixed temp.

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 60081076A

EQUIVALENT-ABSTRACTS:

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/4

DERWENT-CLASS: L02

CPI-CODES: L02-A; L02-H02A;

⑩ 日本国特許庁(JP)

① 特許出顧公開

#### ⑫ 公 開 特 許 公 報 (A) 昭60-81076

@Int\_Cl\_4

識別記号

庁内整理番号

❸公開 昭和60年(1985)5月9日

C 04 B 41/80

8216-4G

審査請求 未請求 発明の数 1 (全3頁)

図発明の名称

⑪出 願 人

セラミツクスの機械的強度向上法

创特 顧 昭58-186700

**29出 願 昭58(1983)10月7日** 

砂発 明 者 -- 郎 砂発 明 者 河 合 末 男 土浦市神立町502番地 株式会社日立製作所機械研究所内 土浦市神立町502番地 株式会社日立製作所機械研究所内

株式会社日立製作所 東京都千代田区神田駿河台4丁目6番地

70代 理 人 弁理士 高橋 明夫 外1名

1. 発明の名称 セラミツクスの機械的強度向上

### 2. 特許請求の範囲

- 1. セラミツクスを所定の加熱温度で30分以 上保持することを特徴とするセラミツクスの機 械的强度向上法。
- 2. 炭化珪素よりなるセラミツクスを1150~ 1500℃で加熱することを特徴とする特許請求の 節 囲 第 1 項 記 載 の セラミックス の 機 械 的 強 度 向 上法。
- 3. 窒化珪素よりなるセラミツクスを950~っ 1400℃で加熱することを特徴とする特許請求の 範囲第1項記載のセラミツクスの機械的強度向 上法。

#### 3. 発明の詳細な説明

### (発明の利用分野)

本発明は機械加工などの後加工により材料表面 に欠陥を有するセラミツクスの機械的強度の向上 法に関する.

#### (発明の背景)

従来、たとえば炭化珪素もしくは窒化珪素より なるセラミツクスが機械加工などの後加工を受け た結果、材料表面にキズ、クラツクなどの表面欠 陥が発生した場合、材料の機械的強度が低下し、 このため許容応力を小さくとらなけりばならない という欠点があつた。

#### (発明の目的)

本発明は上記に鑑みてなしたもので、セラミツ クスの材料表面にキズ、クラツクなどの表面欠陥 があつてもこれを消失させて機械的強度を向上さ せるセラミツクスの機械的強度向上法を提供する ことを目的とする。

## (発明の概要)

本発明は表面欠陥を有するセラミツクスを所定 の加熱温度で30分以上保持することを特徴とす るものである。

セラミツクスが炭化珪素よりなるものである場 合、加熱温度は1150~1500℃にすることが好まし い。1150℃以下では十分な強度向上が得られず、

特開昭60-81076(2)

また1500℃以上に加熱しても逆に残废は低下する ので1150~1500℃の範囲が好ましい。

セラミンクスが窒化珪素よりなるものである場合、 加熱温度は 9 5 0~1400℃にすることが好ましい。 9 5 0 ℃以下では十分な強度向上が得られず、また1400℃以上に加熱しても逆に強度は低下するので 9 5 0~1400℃の範囲が好ましい。

〔発明の実施例〕

以下本発明の実施例および具体的実施例を説明する。

扱面に150μm程度の微細なクラックを有する炭化珪素よりなるセラミックス(以下SiCセラミックスと略記する)および窓化珪素よりなるセラミックス(以下Si。Naセラミックスと略記する)の試験片について、加熱温度を額々変交えた場合の曲げ応力σ。4(MPa)と加熱温度(℃)との関係を繋べた。この結果を第1回に示す。四中、曲線αはSiCセラミックス、参考に全く欠陥のないSi。Naセラミックスの値を曲線Cで示

す・ 図から明らかなように、 加熱処理をしない場合 (加熱温度 0 ℃) の S i 、 N 4 セラミンクスの曲 げ 応力は全く欠陥のないものに比較して 1 / 2 に減少する。しかし、 加熱処理を施すと曲 げ 応力は向上し、 S i 。 N 4 セラミンクスの場合、 1200 での加熱処理で最高の曲 げ 応力を示す。 曲 げ 応力が向上する理由は、 加熱されることにより S i 。 N 4 セラミンクス中の S i と空気中の酸素(〇・)とが反応して酸化物が生成され、 この酸化物が材料表面に形成されているキズ、クランクなどの欠陥表面に形成されているキズ、クランクなどの欠陥を消失させるものと考えられる。

SICセラミツクスについても上記と門様に、1350℃の加熱処理で曲げ応力は最高値を示す。 第2図は、加熱保持時間が曲げ応力に与える影響を示す図で、SiCセラミツクスおよび SisNaセラミツクスについて加熱温度を 1200℃に保ち、その保持時間(h)を種々変えたものである。曲線』はSiCセラミツクス、曲線らいのである。曲線』はSiCセラミツクス、曲線らかなように、保持時間30分でそれぞれ飲和値の約

80%に回復する。

第3図はSisNaをラミックスの加熱温度
1200℃、材料設面組さ25Sにおける破壊確率 F(%)と曲げ広力σ,4×10 (MPa)との関係を示す図である。曲線Iは加熱処理をしない場合、曲線IIは加熱保持時間30min、曲線単は60minの場合を示す。も図から明らかなように、加熱時間30minで、曲げ広力は加熱処理しない場合に比べ35%も向上する。

第4回は本発明を適用した例えばターボチャージャの外観図で、1は軸(10mmを)、2は羽根車(50mm中)で、SisN4セラミックスにより造つたものである。上記ターボチャージャについて機械加工を施し、加熱温度1200℃で60min保持後に取り出し、空冷後に曲げ応力を測定したところ45MPaのものが得られた。これに対し同様の方法で造つたもので加熱処理をしなかつた場合には23MPaでその効果は十分に認められた。

〔発明の効果〕

以上説明したように本発明によれば、セラミツ クスを所定温度で加熱保持することにより、材料 表面に有するキズ、クラツクが消失し、その機械 的強度が向上するという効果が得られる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1 図はSiCセラミックスおよびSi、N4 セラミックスについて曲げ応力と加熱温度との関係を示す本発明の説明図、第2 図は同様に曲げ応力と加熱保持時間との関係を示す本発明の説明図、第3 図は同様に破壊確率と曲げ応力との関係を示す本発明の説明図、第4 図は本発明への適用例の説明図である。

1 … 翰、 2 … 羽根車。

代理人 弁理士 高橋明夫



